

ONSAGERS

Your ref. :

Our ref. : 115700



INDUSTRIELT RETTSEVERN
INTELLECTUAL PROPERTY PROTECTION

United States Patent and Trademark Office
2011 South Clark Place
Customer Window
Crystal Plaza Two, Lobby, Room 1B03
Arlington, VA 22202
USA

Date: 10 December 2003

OLAV L. ROBSAHM PH.D.
GEIRR SÆTVEDT
KJELL MYHRE PH.D.
JETTE ROBSAHM*
HELGE STAVSETH
LILIA VÁZQUEZ HOLM
EIRIK RØHMEN PH.D.
TOULA AASTORP
KATE LØHREN*
CARL J. BÆRKELEUND
TOM TYSBO*
LARS-FREDRIK URANG
BJØRN ANDERSEN
HARALD FURU
ANETTE RØHMEN
LISBETH NILSEN
ANNE JOHNSEN
BRIT ALSTAD*
ARNULF CROWO
TURID H. TRONBØL
KARI H. SIMONSEN
ANN-CATHRIN STRANDENÆS
CHRISTIAN D. ABEL
ROLF DIETRICHSON*
*ADVOKAT/ADM. TO THE BAR
MEDLEMMER I / MEMBERSHIP IN:
NPF, FICPI, AIPPI, MNA, NIF

ONSAGERS AS
UNIVERSITETSGATEN 7,
P.B. 6963 ST OLAVS PLESS,
0130 OSLO
NORWAY

TLF: (+47) 23 32 77 00
FAX: (+47) 23 32 77 01

ONSAGERS NORD
SØNDRE TOLLBODGT. 3A
9008 TROMSØ
STEIN LIAN
TLF: (+47) 77 67 05 00

ONSAGERS VEST
DREGGSALLMENNINGEN 10-12
P.B. 120 BG - SANDVIKEN
5812 BERGEN
CHRISTIAN D. ABEL
US PATENT ATTORNEY
TLF: (+47) 55 21 05 60
FAX: (+47) 55 21 05 61

ONSAGERS LTD
CHARLES HOUSE
5 REGENT STREET (LOWER)
LONDON SW1Y 4LR
UK
TURID H. TRONBØL
SAM BRIDGES

onsagers @ onsagers. no
www. onsagers. no

O.NR: NO934603729

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Application serial no.: 10/717,461

Inventor: Kjell-Tore Smith et al

For: Pressable plastic-bound explosive composition

Group No.:

Examiner:

Attorney docket no.: 115700

Sir:

Please find enclosed for filing in the above utility patent application:

- Original certified copy of the priority document NO 20034475
- Return receipt postcard

Please charge any and all necessary fees during the pendency of this application to deposit account 501898.

Respectfully submitted,
ONSAGERS AS

Christian D. Abel

Reg no. 43,455

Cust. No. 29078



KONGERIKET NORGE
The Kingdom of Norway

Bekreftelse på patentsøknad nr
Certification of patent application no

20034475

► Det bekreftes herved at vedheftede dokument er nøyaktig utskrift/kopi av ovennevnte søknad, som opprinnelig inngitt 2003.10.06

► *It is hereby certified that the annexed document is a true copy of the above-mentioned application, as originally filed on 2003.10.06*

2003.11.14

Line Reum

Line Reum
Saksbehandler



PATENTSTYRET®
Styret for det industrielle rettsvern

1d

Søker: Dyno Nobel ASA
Defence Products
P.O.Box 10
N-3476 SÆTRE

Fullmektig: ONSAGERS AS
Postboks 6963 St. Olavs plass
N-0130 OSLO

Oppfinner: Kjell-Tore Smith
Øvre Gunnaråsen 43 C
N-3475 SÆTRE

Øyvind Hammer Johansen
Starveien 36 A
N-1088 OSLO

Erlend Skjold
Sætretunet 8
N-3475 SÆTRE

Richard Gjersøe
Skanseveien 1 B
N-1445 HEER

**Oppfinnelsens
tittel:** Pressbar plastisk bundet sprengstoffkomposisjon

PRESSBAR PLASTISK BUNDET SPRENGSTOFFKOMPOSISJON

Foreliggende oppfinnelse omhandler pressbare sprengstoffkomposisjoner med forbedret følsomhetskarakteristikk og prosesserbarhet. Sprengstoffkomposisjonene er basert på krystallinske sprengstoffkrystaller av 1,3,5-trinitro-1,3,5-triazasykoheksan (RDX) Type I alene eller i kombinasjon med en mindre andel 1,3,5,7-tetranitro-1,3,5,7-tetraazasyklooktan (HMX). Krystallene er belagt med et bindemiddelsystem bestående av en polyakrylisk elastomer tilsatt en mykner. Disse sprengstoffkomposisjonene blir fremstilt i en såkalt vann-slurry prosess hvor sprengstoffkrystallene slemmes opp i vann og deretter tilsettes en løsning av bindemiddelsystemet. Etter tilsatsen destilleres løsningsmiddelet av og det belagte produktet isoleres ved filtrering.

Bakgrunn

RDX og HMX er krystallinske sprengstoffforbindelser som hver for seg har vært kjent brukt inn i militære pressbare sprengstoffkomposisjoner i en årekke. Pressbare sprengstoffkomposisjoner brukes tradisjonelt for å lage ladninger for bruk i ammunisjon.

Gjennombruddet kom når G.C. Hale i 1925 beskrev en detaljert prosess for fremstilling av RDX vha 99.8 % salpetersyre og heksamin. HMX ble oppdaget en del år senere ved at man innførte bruk av eddiksyreanhidrid for å øke RDX utbyttet (Bachmann prosessen) hvor HMX i utgangspunktet ble sett på som et biprodukt. Etter 2. verdenskrig ble det utført mye arbeid for å styre prosessen mot økte utbytter av HMX og RDX.

RDX foreligger i flere typer. To av disse er kjent av fagfolk som Type I og Type II hvor hovedforskjellen mellom disse er at Type I inneholder mindre HMX ($\leq 4\%$) og har krav til et høyere smeltepunkt ($\geq 200\text{ }^{\circ}\text{C}$) enn Type II (% HMX = 4-17, Smeltepunkt $\geq 190\text{ }^{\circ}\text{C}$) (Militær spesifikasjon: MIL-DTL-398D). RDX Type I og Type II tilsvarer nesten det som en tysk spesifikasjon ("Technische Lieferbedingungen 1376-802" (TL-1376-802)) beskriver som henholdsvis Type A og Type B. RDX-krystaller inneholder noe mindre energi, men er generelt mer stabil og betydelig billigere å produsere enn HMX-krystaller.

På grunn av sikkerhetsaspekter er følsomhet overfor ytre påvirkninger opplagt en meget viktig parameter for ammunisjon, og flere land har innført krav til dette. Dette omtales som IM-krav (IM=Insensitive Munition). For å oppnå disse IM-kravene stilles det også krav til sprengstoffet som blir benyttet i ammunisjonen. En viktig parameter i forbindelse med dette er følsomhet overfor ytre varmepåvirkning. Denne parameteren kan man teste ved hjelp av Fast Cook-off test. En slik Fast Cook-off test kan gjennomføres ved at man plasserer en presset ladning i et stålrør og tetter dette i begge ender. Deretter varmer man dette raskt opp inntil en reaksjon

skjer slik at røret åpner seg. Reaksjonen graderes fra en Type I reaksjon til en Type V reaksjon. En Type I reaksjon vil være en full detonasjon hvor røret er delt opp i mange små fragmenter og en Type V reaksjon vil si at røret kun er revnet som følge av en trykkavlastning. I henhold til en tysk standard for lavfølsomt sprengstoff ("Technische Lieferbedingungen 1376-800" (TL-1376-800)) kreves det at sprengstoffet kun gir Type V reaksjoner.

Når RDX eller HMX anvendes i ammunisjon blir de presset til ladninger for å oppnå en maksimal tetthet for dermed å oppnå en maksimal effekt av sprengstoffet. Det vil alltid være forbundet med en viss risiko å presse sprengstoff, slik at man søker å anvende lavest mulig pressetrykk, gjerne omtalt som forbedret pressbarhet. En annen fordel med forbedret pressbarhet er at det vil gi produsenten muligheten til å lage mye større ladninger enn hva som er tilfellet for sprengstoff med dårligere pressbarhet. Dette vil gi en økonomisk gevinst, særlig fordi alternativer for slike store ladninger vil være bruk av langt dyrere produksjonsprosesser (støp-herdbare og smelt-støpbare prosesser).

Det har lenge vært kjent at for å stabilisere og gjøre RDX- og HMX-krystaller egnet til pressing av ladninger kan man belegge krystallene med et stabilisert stoff. I begynnelsen benyttet man i hovedsak diverse varianter av voks til å belegge krystallene. Deretter har man benyttet mer plastmaterialer og i de senere årene har man utviklet komposisjoner med mer elastiske plastmaterialer.

Kjent teknikk

I dag er det for RDX og HMX vanlig å benytte en polyakrylisk elastomer sammen med en mykner for å belegge krystallene. En velegnet elastomer er solgt under handelsnavnet HyTemp 4454 eller også kalt HyTemp 4054 (markedsført av Zeon Chemicals). Dette er en termoplastisk elastomer som har en lav glassovergangs-temperatur (Tg), noe som er gunstig for sprengstoffkomposisjoner. En vanlig brukt og velegnet mykner er for eksempel dioktyladipat (DOA). Denne elastomer og mykner danner et bindemiddelsystem som har vært kjent brukt i komposisjoner med HMX fra 1980 tallet og noe senere i RDX komposisjoner.

En kjent RDX-basert komposisjon med dette bindemiddelet er PBXW-17, senere også kjent som PBXN-10, som består av 94 % RDX Type II (som inneholder noe HMX) og 6 % bindemiddel bestående av 1:3 blanding av HyTemp 4454 og DOA. Denne komposisjonen ble første gang beskrevet i et foredrag med tilhørende artikkel av Kirk Newman og Sharon Brown ("Munition Technology Symposium IV and Statistical Process Control Conference" i februar 1997 Reno, NV). Newman et.al beskrev PBXW-17 fremstilt i en vann-slurry prosess hvor bindemiddelet, løst i etylacetat, ble tilsatt i to porsjoner. I dette arbeidet ble det blant annet utført en del pressestudier. Av resultatene fra dette hevdet det at det er vanskelig å presse PBXW-17 til tettheter over 99 % TMD (TMD er kjent for en fagmann på området

som teoretisk maksimum tetthet). Årsaken til at det ikke er mulig å oppnå høyere tetthet enn 99% TMD hevdes å være som en følge av bindemiddelets elastomeriske karakter. Newman et.al viser videre i en figur at man må over ca 1350 Bar i pressetrykk for å oppnå over 98 % TMD og at pressetrykk over 1520 Bar ikke øker tettheten nevneverdig.

Karl Rudolf (DE 101 55 855 A1) beskriver en ny type prosess for fremstilling av en HMX- eller RDX-basert komposisjon med en blanding av HyTemp 4454 og DOA som bindemiddel. Prosessen som omtales benytter fukting av på forhånd tørkede sprengstoffkrystaller med polysiloxan før selve bindemiddelet tilsettes. Denne fuktingen med Polysiloxan på forhånd er svært viktig for egenskapene til produktet fordi det medfører en bedre kontakt mellom krystall og bindemiddel noe som igjen medfører at porer tettes og derved reduserer andel av det som en fagmann på området vil betegne som "hotspot". Ved tetting av disse porene og "hotspot"-ene vil følsomheten til produktet bedres og tettheten på "granulatene" vil være høy. De sprengstoffkrystallene som på forhånd er behandlet med polysiloxan tilsettes til en løsning av bindemiddelet. Bindemiddelet er løst i en blanding av løsningsmidlene etanol, etylacetat og aceton. Denne blandingen blir deretter blandet vha en Drais mikser (typebetegnelse for en "High-Shear" mikser) før løsningsmiddel blir fjernet ved avdamping. Prosessen beskrevet av Rudolf foregår i tørrfase, og er dermed svært forskjellig og betydelig mindre sikker enn den velkjente tradisjonelle industrielt tilgjengelige vann-slurry prosessen hvor sprengstoffkrystallene blir behandlet i en fuktet fase.

Karl Rudolf presenterte en tilsvarende prosess i en presentasjon holdt i Florida i 2003. (2003 Insensitive Munitions and Energetic Materials Technical Symposium, 25 10-13 Mars 2003 Orlando, USA). I denne presentasjonen ble det blant annet beskrevet en RDX-komposisjon som består av 8 % bindemiddel og 92 % RDX type II i et 70:30 forhold av klasse 3 og klasse 8 (klasseinndelingen beskrives i MIL-DTL-398D) som henholdsvis har en gjennomsnittlig diameter på ca 350 og ca 65 mikrometer. I presentasjonen står det at hvis man benytter RDX Type I må det tilsettes minst 5 % HMX for å passere Fast Cook-off testen. Derimot passerer ikke Fast Cook-off testen når vann-slurry prosessen benyttes til å tilvirke komposisjon. Rudolf angir en pressbarhet for komposisjonen på over 98 % TMD ved pressetrykk på 1200 Bar. Det hevdes også at pressbarheten bedres som følge av å benytte en grovere finandel enn hva som er vanlig i krystallblanding.

35 På bakgrunn av det ovenstående er klart at det er eksisterer et behov for billige sprengstoffkomposisjoner basert på råstoffet RDX som er optimalt pressbare, tilfredsstiller IM-kravene og som kan produseres i eksisterende industrielle prosessanlegg basert på den relativt sikre vann-slurry prosessen.

Målsetning med oppfinnelsen

Det er derfor en målsetning med foreliggende oppfinnelse å tilveiebringe en sprengstoffkomposisjon basert på ren RDX eller RDX tilsatt noe HMX, hvor komposisjonen kan produseres ved bruk av vann-slurry prosessen, og hvor komposisjonen tilfredsstiller dagens IM-krav.

Det er også en målsetning med foreliggende oppfinnelse å tilveiebringe en sprengstoffkomposisjon basert på ren RDX eller RDX tilsatt noe HMX, og hvor komposisjonen utviser en overlegen pressbarhet sammenlignet med dagens komposisjoner basert på RDX og HMX.

10 Beskrivelse av oppfinnelsen

Målsetningene med oppfinnelsens kan oppnås ved de trekk som framgår av følgende beskrivelse og vedlagte patentkrav.

Foreliggende oppfinnelse omhandler pressbare sprengstoffkomposisjoner med forbedret følsomhetskarakteristikk og prosesserbarhet. Sprengstoffkomposisjonene i henhold til oppfinnelsen er basert på krystallinske sprengstoffkrystaller av 1,3,5-trinitro-1,3,5-triazasykloheksan (RDX) Type I alene eller i kombinasjon med en mindre andel 1,3,5,7-tetranitro-1,3,5,7-tetraazasyklooktan (HMX) hvor krystallene er belagt med et bindemiddelsystem bestående av en polyakrylisk elastomer tilsatt en mykner. Disse sprengstoffkomposisjonene blir fremstilt i en såkalt vann-slurry prosess hvor sprengstoffkrystallene slemmes opp i vann og deretter tilsettes en løsning av bindemiddelsystemet. Etter tilsatsen destilleres løsningsmiddelet av og det belagte produktet isoleres ved filtrering. Vann-slurry prosessen er meget velkjent for en fagmann på området og trenger ingen nærmere beskrivelse.

Det har vist seg at sprengstoffkomposisjonene i henhold til oppfinnelsen har en meget bra pressbarhet. Det kan oppnås 99% TMD ved pressetrykk så lavt som ca. 250 bar. Ut i fra artikkelen til Karl Rudolf som ble presentert i Florida i mars 2003, er dette meget overraskende fordi der blir en fagmann fortalt at det kreves i størrelsesorden 1250 bar for å oppnå en TMD på 98%. Oppfinnerne vet ikke med sikkerhet hva denne forbedrede pressbarhet skyldes men antar at årsaken er bruk av finkornede krystaller. Også dette er overraskende ut i fra Rudolfs artikkel fordi den hevder at pressbarheten øker ved bruk av store krystaller. I følge Rudolf kan man presse til høyere tettheter når man benytter 45 mikrometer partikler fremfor 15 mikrometer partikler.

Den forbedrede pressbarheten i foreliggende oppfinnelse hvor finere partikler benyttes er derfor svært uventet for en fagmann på området. Som følge av dette vil foreliggende oppfinnelse føre til økonomisk gevinst i industriell sammenheng ved at man kan benytte presser med lavere pressetrykk. Anvendelse av lavere pressetrykk vil også ha en sikkerhetsmessig fordel. Det vil alltid være forbundet med en viss

risiko å presse sprengstoff. Ved å anvende komposisjonene ifølge foreliggende oppfinnelse vil risikoen bli kraftig redusert.

Med den foreliggende oppfinnelsen sammenlignet med teknikkens stand oppnåes også fordeler ved at man ved hjelp av pressing kan tilvirke mye større ladninger enn 5 hva en fagmann på området vil si er mulig for pressede sprengstoffkomposisjoner inneholdende RDX. Dette vil gi en økonomisk gevinst, særlig fordi alternativer for slike store ladninger vil være bruk av langt dyrere produksjonsprosesser (støp-herdbare og smelt-støpbare prosesser).

Med den foreliggende oppfinnelsen sammenlignet med teknikkens stand oppnås 10 også at tilsats av HMX resulterer i en forbedring av Fast Cook-off egenskaper. Dette oppnåes på tross av at produktet tilvirkes ved en vann-slurry metode noe som ikke er i samsvar med læren i 2003-artikkelen til Rudolf. For en fagmann på området er bruk av vann-slurry prosess helt klart å foretrekke sett ut fra et rent sikkerhetsmessig synspunkt. Det å ha vann tilstede i prosessering av denne typen 15 sprengstoff medfører at det kreves kraftig ytre påvirkning, i form av varme, åpen ild, slag eller friksjon, for at det skal kunne detonere eller omsettes på annen måte. Vann-slurry prosessen er også foretrukket da dette er den mest velkjente, tradisjonelle og industrielt tilgjengelige prosessen for å tilvirke slike sprengstoffkomposisjoner.

Med den foreliggende oppfinnelsen sammenlignet med teknikkens stand oppnåes 20 også fordelene med at inngående krystaller kan være vannfuktet før de går inn i prosessen. For en fagmann på området vil dette gi klare logistikkfordeler siden sprengstoffkrystallene tilvirkes, oppbevares og transporteres i vannfuktet tilstand. Ved den metoden som Rudolf har beskrevet er det klart for en fagmann på området 25 at denne prosessen krever tørre krystaller. Å håndtere større mengder med tørre RDX og HMX krystaller er for en fagmann på området forbundet med mye høyere risiko enn å håndtere disse i vannfuktet tilstand. Det å benytte tørre krystallene vil i tillegg alltid medføre ett ekstra og tidkrevende prosesstrinn med tørking.

En annen fordel i den foreliggende oppfinnelse med å benytte en blanding av RDX 30 Type I og HMX krystaller fremfor å benytte en RDX Type II, som også inneholder HMX, er at man har langt bedre kontroll over HMX innholdet i komposisjonen. Man har mye bedre kontroll over både kvalitet og kvantitet av HMX når denne tilsettes separat. I RDX Type II er HMX et biprodukt i fremstillingen av RDX og man har dermed lite kontroll over partikkelfordelingen og renheten av denne.

En oppsummering av hva man oppnår fra å benytte tradisjonelle RDX Type II 35 krystaller til foreliggende oppfinnelse er illustrert i tabell 1.

Tabell 1. Oppsummering av man særlig oppnår med foreliggende oppfinnelse.

	Kjent:	Foreliggende oppfinnelse	
	Tradisjonelt: RDX Type II	RDX Type I	RDX Type I i blanding med HMX.
HMX innhold	Lite kontroll på kvalitet og kvantitet av HMX da dette er et biproduct i RDX fremstillingen.	Uaktuelt	God kontroll med både kvalitet og kvantitet av HMX
Fast Cook-off	Ukjent, muligens OK.	Passerer ikke	Passerer
Pressing	Lave pressetetheter også ved relativt høye trykk.	Høye pressetetheter ved lave trykk.	
Industriell anvendbarhet	Kun mindre ladninger kan produseres. Dyrere produksjonsutstyr. Dårligere sikkerhet.	Kan lage større ladninger. Billigere produksjonsutstyr. Bedre sikkerhet.	

Det kan oppnås tilsvarende pressbarhet for komposisjoner omfattet av foreliggende oppfinnelsen ved bruk av andre elastomerer, eksempelvis kan nevnes styren-butadien eller styren-isopren kopolymerer som blant annet er tilgjengelig fra Kraton polymers. Andre eksempler er Europren og Cyanacryl (varemerker fra EniChem), Krync (varemerke fra Bayer polymers), Nipol (varemerke fra Zeon Chemicals) og Noxtite (Varemerke fra Nippon Mektron). I de senere årene har energirike elastomerer blitt undersøkt for bruk innen sprengstoffkomposisjoner men ingen av disse er kommersielt tilgjengelige i dag. Anvendelse av slike energirike elastomerer for komposisjoner omfattet av foreliggende oppfinnelse forventes også å kunne gi en forbedret pressbarhet. I den foreliggende oppfinnelsen er HyTemp 4454 blitt valgt fordi denne i en årekke har vært benyttet innen sprengstoffindustrien for pressbare komposisjoner. HyTemp er også kjent for å ha en god forenlighet med sprengstoffet, noe som er svært viktig for denne typen forbindelser.

Det kan også oppnås tilsvarende pressbarhet for komposisjoner omfattet av foreliggende oppfinnelsen ved bruk av andre myknere. Ved siden av dioktyladipat (DOA) er myknere som dioktylsebasat (DOS) og isodesylpelargonate (IDP) også benyttet inn sammen med HyTemp i sprengstoffkomposisjoner (Amy J. Didion og K. Wayne Reed, 2001 Insensitive Munition & Energetic Materials Technology Symposium, Bordéaux, proceedings side 239). Andre kjente myknere som benyttes i

sprengstoffindustrien er eksempelvis dioktylmaleat (DOM), dioktylfatalat (DOP), glycidylacid polymer (GAP) og N-alkyl-nitroatoetylamin (Alkyl-NENA). Disse myknerene og andre tilsvarende myknere vil kunne fungere utmerket inn i foreliggende oppfinnelse. Det er foretrukket å benytte dioktyladipat (DOA) i den foreliggende oppfinnelsen sammen med elastomeren solgt under navnet HyTemp 4454 eller 4054 fordi denne formulering er godt dokumentert og kjent for å ha en god forenlighet med sprengstoffet.

Detaljert beskrivelse av oppfinnelsen

For å ytterligere beskrive oppfinnelsen vil den bli belyst ved hjelp av eksempler. Disse eksempler er kun ment som frembringelse av foretrukne utføringseksempler, og skal derfor ikke oppfattes som begrensende for den mer generelle oppfinnereiske ide å produsere RDX type I formuleringer i en vann-slurry prosess.

Eksempel 1

Fremstilling av sprengstoffkomposisjonen uten HMX i 1500 liters reaktor.

RDX Type I (92,4 kg grovandel og 110 kg finandel) ble satset i reaktoren sammen med vann (ca 1000 kg) og ble blandet ved røring. Grovandelen og finandelen sin gjennomsnittlige krystallstørrelse var henholdsvis mellom 60-90 mikrometer og 10-20 mikrometer. Blandingen ble varmet opp til 40 °C. En løsning ved 40 °C av HyTemp 4454 (4,95 kg) og DOA (14,8 kg) løst i etylacetat (ca 100 kg) ble deretter tilsatt under røring. Deretter ble blandingen varmet opp, med destillasjon av etylacetat, til 100 °C. Etter nedkjøling ble blandingen sluppet i filtervogn og produktet filtrert fra. Produktet (ca 220 kg) ble deretter tørket og analysert til å inneholde 91,5 % RDX, 2,0 % HyTemp og 6,5 % DOA. Produktet ble presset til 99,4 % TMD ved 981 bar. Pressekurve er vist i Fig.1.

Dette produktet ble så utsatt for en Fast Cook-off test (ihht. TL-1376-800) og ga Type IV reaksjon.

Eksempel 2

Fremstilling av Sprengstoffkomposisjonen med HMX i 6000 liters reaktor.

RDX Type I (350 kg grovandel og 224 kg finandel) og HMX (70 kg) ble satset i reaktoren sammen med vann (ca 3000 kg) og ble blandet ved røring. Grovandelen og finandelen av RDX Type I sin gjennomsnittlige krystallstørrelse var henholdsvis mellom 60-90 mikrometer og 10-20 mikrometer. HMX sin gjennomsnittlige partikelstørrelse var på 10-20 mikrometer. Blandingen ble varmet opp til 40 °C. En løsning ved 40 °C av HyTemp 4454 (14 kg) og DOA (42 kg) løst i etylacetat (ca 300 kg) ble deretter tilsatt under røring. Blandingen ble så druknet med vann. Deretter ble blandingen varmet opp, med destillasjon av etylacetat, til 100 °C. Etter

nedkjøling ble blandingen sluppet i filtervogn og produktet filtrert fra. Produktet (ca 700 kg) ble deretter tørket og analysert til å inneholde 82,4 % RDX, 10,1 % HMX, 1,8 % HyTemp og 5,7 % DOA. Produktet ble presset til 99,2 % TMD ved 981 bar. Pressekurve er vist i Fig.1.

5 Dette produktet ble så utsatt for en Fast Cook-off test (ihht. TL-1376-800) og ga Type V reaksjon.

Eksempel 3

Fremstilling av Sprengstoffkomposisjonen Uten HMX i 150 liters reaktor.

10 RDX Type I (6,83 kg grovandel og 6,83 kg finandel) ble satset i reaktoren sammen med vann (ca 60 kg) og ble blandet ved røring. Grovandelen og finandelen sin gjennomsnittlige krystallstørrelse var henholdsvis mellom 180-240 mikrometer og 10-20 mikrometer. Blandingen ble varmet opp til 40 °C. En løsning ved 40 °C av HyTemp 4454 (0,335 kg) og DOA (1,005 kg) løst i etylacetat (ca 6 kg) ble deretter tilslatt under røring. Blandingen ble så druknet med vann. Deretter ble blandingen varmet opp, med destillasjon av etylacetat, til 100 °C. Etter nedkjøling ble blandingen sluppet i filtervogn og produktet filtrert fra. Produktet (ca 15 kg) ble deretter tørket og analysert til å inneholde 91,4 % RDX, 2,0 % HyTemp og 6,6 % DOA. Produktet ble presset til 99,5 % TMD ved 981 bar. Pressekurve er vist i Fig.1.

Eksempel 4

20 Fremstilling av Sprengstoffkomposisjonen Uten HMX i 150 liters reaktor.

25 RDX Type I (4,5 kg grovandel og 4,5 kg finandel) ble satset i reaktoren sammen med vann (ca 60 kg) og ble blandet ved røring. Grovandelen og finandelen sin gjennomsnittlige krystallstørrelse var henholdsvis mellom 80-150 mikrometer og 3-10 mikrometer. Blandingen ble varmet opp til 40 °C. En løsning ved 40 °C av HyTemp 4454 (0,25 kg) og DOA (0,75 kg) løst i etylacetat (ca 6 kg) ble deretter tilslatt under røring. Blandingen ble så druknet med vann. Deretter ble blandingen varmet opp, med destillasjon av etylacetat, til 100 °C. Etter nedkjøling ble blandingen sluppet i filtervogn og produktet filtrert fra. Produktet (ca 15 kg) ble deretter tørket og analysert til å inneholde 89,2 % RDX, 2,1 % HyTemp og 8,7 % DOA. Produktet ble presset til 99,8 % TMD ved 981 bar. Pressekurve er vist i Fig.1.

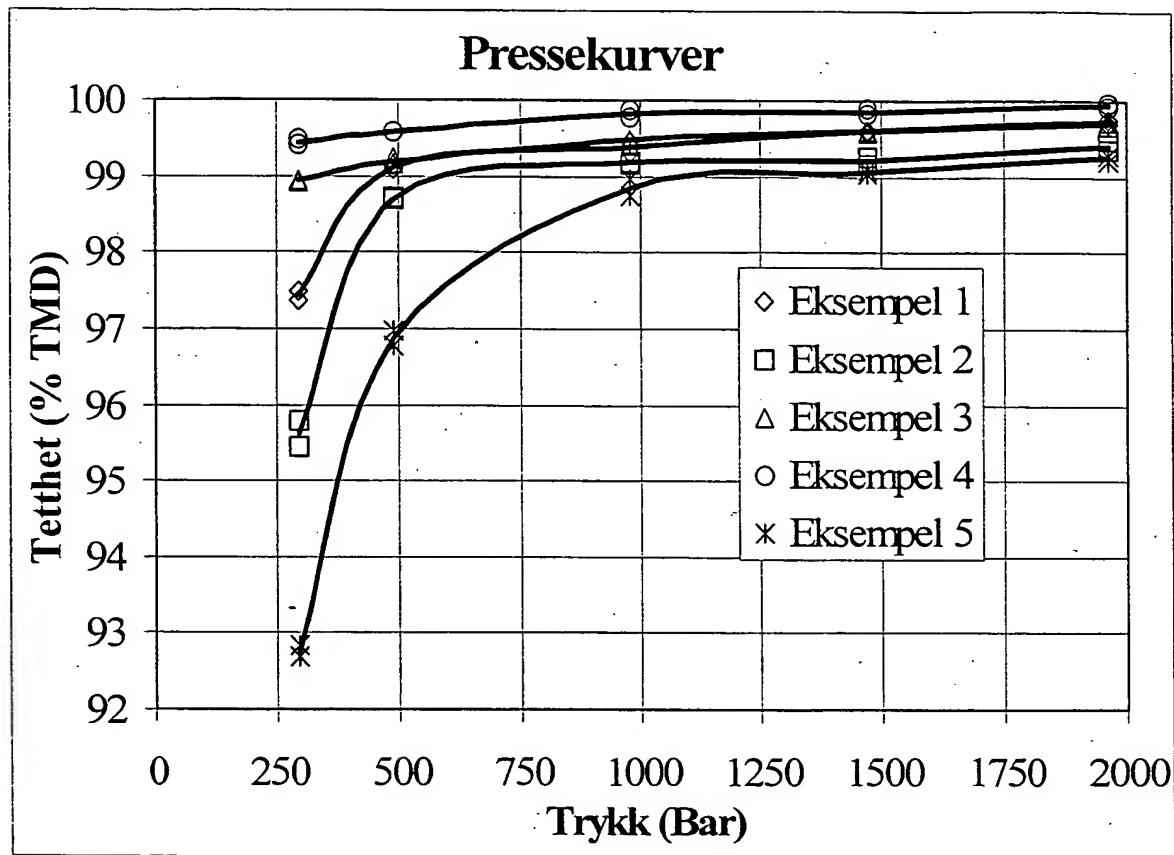
Eksempel 5

Fremstilling av Sprengstoffkomposisjonen Uten HMX i 150 liters reaktor.

35 RDX Type I (7,05 kg grovandel og 7,05 kg finandel) ble satset i reaktoren sammen med vann (ca 60 kg) og ble blandet ved røring. Grovandelen og finandelen sin gjennomsnittlige krystallstørrelse var henholdsvis mellom 80-150 mikrometer og 3-10 mikrometer. Blandingen ble varmet opp til 40 °C. En løsning ved 40 °C av

HyTemp 4454 (0,225 kg) og DOA (0,675 kg) løst i etylacetat (ca 6 kg) ble deretter tilslatt under røring. Blandingen ble så druknet med vann. Deretter ble blandingen varmet opp til 100 °C slik at og etylacetat ble destiller. Etter nedkjøling ble blandingen sluppet i filtervogn og produktet filtrert fra. Produktet (ca 15 kg) ble deretter tørket og analysert til å inneholde 95,0 % RDX, 1,2 % HyTemp og 3,8 % DOA. Produktet ble presset til 98,9 % TMD ved 981 bar. Pressekurve er vist i Fig.1.

Figur 1. Pressekurver for Eksempel 1-5.



10

Kurvene i Figur 1 viser hvilken tetthet i form av % TMD som oppnåes ved de enkelte pressetrykkene. Det å kunne oppnå tetthet på 99 % TMD eller mer allerede ved 1000 bar trykk er svært fordelaktig og ikke tidligere kjent. I enkelte av eksemplene (eksempel 1-4) oppnåes nesten 99 % tetthet eller mer allerede ved 500 bars trykk. Dette er eksepsjonelt bra og gir potensial for å kunne presse, fremfor en dyrere støpeprosess, svært store ladninger i forhold til hva man tidligere har regnet for å være normalt. Eksempel 5 viser litt dårligere tetthet ved 500 bars trykk enn de andre. Årsaken til dette er at denne komposisjonen har større andel fyllstoff (sprengstoff) og dette reduserer pressbarheten noe. Derimot presser også komposisjonen omtalt i eksempel 5 til omtrent 99 % TMD ved 1000 bars trykk.

Dette er også svært fordelaktig og vil være anvendbart for større ladninger enn hva man tidligere har regnet for å være normalt.



PATENTKRAV

1. Sprengstoffkomposisjon omfattende RDX type I, en polyakrylisk elastomer og en mykner,
 karakterisert ved at RDX-krystallene utgjør en andel i området 88-96 vekt% av komposisjonen, og at RDX-krystallene består av en andel grove krystaller med en gjennomsnittlig krystallstørrelse i området 50 til 250 μm og en andel finere krystaller med gjennomsnittlig krystallstørrelse i området 2 til 30 μm .
2. Sprengstoffkomposisjon omfattende RDX type I og HMX, en polyakrylisk elastomer og en mykner,
 karakterisert ved at sprengstoffkrystallene utgjør en andel i området 88-96 vekt% av den totale komposisjonen, at RDX-krystallene består av en andel grove krystaller med en gjennomsnittlig krystallstørrelse i området 50 til 250 μm og en andel finere krystaller med gjennomsnittlig krystallstørrelse i området 2 til 30 μm , og at HMX-krystallene utgjør en andel i området fra 5 til 20 vekt% av sprengstoffkrystallene i komposisjonen.
3. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 1 eller 2,
 karakterisert ved at sprengstoffkrystallene utgjør fra 90 til 94 vekt%, og fortrinnsvis fra 91 til 93 vekt% av komposisjonen.
4. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 1 eller 2,
 karakterisert ved at grovandelen av RDX-krystallene består av krystaller med gjennomsnittlig størrelse i området 60 til 170 μm , fortrinnsvis i området 60-90 μm , og at finandelen av RDX-krystallene har en gjennomsnittlig størrelse i området 5-20 μm , fortrinnsvis 12-18 μm .
5. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 1 eller 2,
 karakterisert ved at den grove andelen av RDX-krystallene utgjør fra 25 til 75 vekt%, fortrinnsvis fra 35 til 65 vekt% og mer fortrinnsvis fra 44 til 56 vekt%.
6. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 1 eller 2,
 karakterisert ved at den polyakryliske elastomeren er HyTemp 4454 eller HyTemp 4054, og at mykneren er dioktyladipat (DOA), dioktylsebacat (DOS), isodecylpelargonate (IDP), dioktylmaleat (DOM) eller dioktylftalat (DOP).
7. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 2
 karakterisert ved at andelen HMX-krystaller utgjør fra 5 til 20 vekt%, fortrinnsvis fra 5 til 15 vekt% og mer fortrinnsvis fra 9 til 11 vekt% av total mengde sprengstoffkrystaller i komposisjonen.

8. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 2, karakterisert ved at HMX-krystallene har en gjennomsnittlig størrelse i området fra 2 til 30 μm , fortrinnsvis fra 5 til 20 μm og mer fortrinnsvis fra 8 til 14 μm .

5 9. Anvendelse av vann-slurry prosessen til å fremstille en sprengstoffkomposisjon omfattende RDX-krystaller type I, en polyakrylisk elastomer og en mykner, hvor andelen RDX-krystaller utgjør fra 88 til 96 vekt%, fortrinnsvis fra 90 til 94 vekt% og mer fortrinnsvis fra 91 til 93 vekt% av komposisjonen.

10 10. Anvendelse av vann-slurry prosessen til å fremstille en sprengstoffkomposisjon omfattende RDX-krystaller type I, HMX, en polyakrylisk elastomer og en mykner, hvor sprengstoffkrystallene utgjør til sammen fra 88 til 96 vekt%, fortrinnsvis fra 90 til 94 vekt% og mer fortrinnsvis fra 91 til 93 vekt% av den totale komposisjonen, og hvor HMX-krystallene utgjør en andel i området fra 5 til 20 vekt% av sprengstoffkrystallene i komposisjonen.

15 11. Anvendelse i henhold til krav 9 eller 10, hvor RDX-krystallene består av en andel relativt sett grove krystaller og en andel finere krystaller, og hvor andelen grove krystaller utgjør fra 25 til 75 vekt%, fortrinnsvis fra 35 til 65 vekt% og mer fortrinnsvis fra 44 til 56 vekt% av sprengstoffandelen i komposisjonen.

20 12. Anvendelse i henhold til krav 9 eller 10, hvor grovandelen av RDX-krystallene består av krystaller med gjennomsnittlig størrelse i området 60 til 170 μm , fortrinnsvis i området 60-90 μm , og at finandelen av RDX-krystallene har en gjennomsnittlig størrelse i området 5-20 μm , fortrinnsvis 12-18 μm .

25 13. Anvendelse i henhold til krav 9 eller 10, hvor den polyakryliske elastomeren er HyTemp 4454 eller HyTemp 4054, og at mykneren er dioktyladipat (DOA), dioktylsebacat (DOS), isodecylpelargonate (IDP), dioktylmaleat (DOM) eller dioktylfatalat (DOP).

30 14. Anvendelse i henhold til krav 10, hvor andelen HMX-krystaller utgjør fra 5 til 20 vekt%, fortrinnsvis fra 5 til 15 vekt% og mer fortrinnsvis fra 9 til 11 vekt% av total mengde sprengstoffkrystaller i komposisjonen.

35 15. Anvendelse i henhold til krav 10, hvor HMX-krystallene har en gjennomsnittlig størrelse i området fra 2 til 30 μm , fortrinnsvis fra 5 til 20 μm og mer fortrinnsvis fra 8 til 14 μm .

16. Sprengstoffkomposisjon fremstilt i en vann-slurry prosess, karakterisert ved at den består av 88-96 % av en grovkornet og finkornet RDX Type I og et bindemiddelsystem bestående av en polyakrylisk elastomer og en mykner, og hvor RDX foreligger i en andel relativt sett grovkornede og en andel finkornede krystaller.

17. Sprengstoffkomposisjon fremstilt i en vann-slurry prosess, karakterisert ved at den består av 88-96 % spengstoffkrystaller og et bindemiddelsystem bestående av en polyakrylisk elastomer og en mykner, hvor spengstoffkrystallene er en blanding av RDX-krystaller av type I og HMX-krystaller, og hvor RDX foreligger i en andel relativt sett grovkornede og en andel finkornede krystaller.

18. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 16 eller 17, karakterisert ved at andelen spengstoffkrystallene utgjør fra 90 til 94 vekt%, fortrinnsvis fra 91 til 93 vekt% av den totale komposisjonen.

19. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 16 eller 17, karakterisert ved at grovandelen av RDX-krystallene består av krystaller med gjennomsnittlig størrelse i området 60 til 170 μm , fortrinnsvis i området 60-90 μm , og at finandelen av RDX-krystallene har en gjennomsnittlig størrelse i området 5-20 μm , fortrinnsvis 12-18 μm .

20. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 16 eller 17, karakterisert ved at den grove andelen av RDX-krystallene utgjør fra 25 til 75 vekt%, fortrinnsvis fra 35 til 65 vekt% og mer fortrinnsvis fra 44 til 56 vekt%.

21. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 16 eller 17, karakterisert ved at den polyakrylyiske elastomeren er HyTemp 4454 eller HyTemp 4054, og at mykneren er dioktyladipat (DOA), dioktylsebacat (DOS), isodecylpelargonate (IDP), dioktylmaleat (DOM) eller dioktylfatalat (DOP).

22. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 17, karakterisert ved at andelen HMX-krystaller utgjør fra 5 til 20 vekt%, fortrinnsvis fra 5 til 15 vekt% og mer fortrinnsvis fra 9 til 11 vekt% av total mengde spengstoffkrystaller i komposisjonen.

23. Sprengstoffkomposisjon i henhold til krav 17, karakterisert ved at HMX-krystallene har en gjennomsnittlig størrelse i området fra 2 til 30 μm , fortrinnsvis fra 5 til 20 μm og mer fortrinnsvis fra 8 til 14 μm .



SAMMENDRAG

Foreliggende oppfinnelse omhandler pressbare sprengstoffkomposisjoner med forbedret følsomhetskarakteristikk og prosesserbarhet.

5 Sprengstoffkomposisjonene er basert på krystallinske sprengstoffkristaller av 1,3,5-trinitro-1,3,5-triazasykoheksan (RDX) Type I alene eller i kombinasjon med en mindre andel 1,3,5,7-tetranitro-1,3,5,7-tetraazasyklooktan (HMX) hvor krystallene er belagt med et bindemiddelsystem bestående av en polyakrylisk elastomer tilslatt en mykner. Disse sprengstoffkomposisjonene blir fremstilt i en såkalt vann-slurry prosess hvor sprengstoffkristallene slemmes opp i vann og deretter tilsettes en løsning av bindemiddelsystemet. Etter tilsatsen destilleres løsningsmiddelet av og det belagte produktet isoleres ved filtrering.

10

15

